



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.05.1973 (P. 162303)

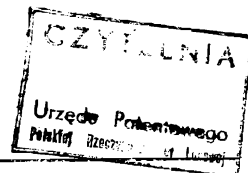
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.1975

Opis patentowy opublikowano: 30.03.1977

MKP C01d 5/10
C01f 5/06

Int. Cl.² C01D 5/10
C01F 5/03



Twórca wynalazku: Andrzej Firek, Zbigniew Michałek, Kazimierz Sztaba

Uprawniony z patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława
Staszica, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania tlenku magnezu i siarczanu potasu z polihality

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania siarczanu potasu i tlenku magnezu z polihality. Siarczan potasu stanowi podstawowy surowiec przemysłu nawozów sztucznych oraz surowiec wyjściowy do produkcji związków potasu. Tlenek magnezu jest ważnym surowcem przemysłu materiałów ogniotrwałych oraz podstawowym surowcem do otrzymywania metalicznego magnezu. Polihality, jak to wynika ze światowej literatury fachowej, nie był dotychczas stosowany w świetle jako surowiec do otrzymywania związków potasu i magnezu. Najbardziej zbliżony do przedmiotu wynalazku jest sposób opisany w „Bulletin 459 Bureau of Mines Washington, 1944, opracowanym przez John E. Conley i Everett P. Partridge pt. Potash salts from Texas New Mexico Polyhalite Deposits”. Dotyczy on odzysku potasu z polihality. Sposób ten polega na ekstrakcji kalcynowanego w temperaturze 500°C polihality gorącą wodą w celu przeprowadzenia do roztworu siarczanu potasu i magnezu i oddzielenie przez filtrację od siarczanów wapnia. Następnie rozdziela się sole potasu i magnezu przez strącenie mlekiem wapiennym, przy czym wytrącony osad, zawierający wodorotlenek magnezu, zmieszany z siarczanem wapnia, stanowi odpad, który uważany jest wprawdzie za źródło surowca magnezowego, lecz ze względu na trudności technologiczne, autorzy wyżej cytowanej publikacji nie podają sposobu jego wykorzystania.

2

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu przeróbki polihality, zapewniającego odzysk siarczanu potasu i tlenku magnezu.

Cel ten osiąga się przez opracowanie sposobu, w którym kalcynację rozdrobnionego surowca polihalityowego przeprowadza się w temperaturze 600°C, a z wytrąconego mlekiem wapiennym osadu, będącego mieszaniną wodorotlenku magnezu i siarczanu wapnia sporządza się zawiesinę wodną, którą poddaje się karbonizacji dwutlenkiem węgla. Wytworzony roztwór kwaśnego węglanu magnezu, oddzielony od osadu siarczanu wapnia poddaje się dekarbonizacji i częściowemu odparowaniu w wielostopniowych wyparkach próżniowych. Otrzymany zasadowy węglan magnezu o wzorze $Mg_2CO_3(OH)_2 \cdot 3H_2O$ praży się w znany sposób w celu uzyskania tlenku magnezu. Oddzielony od osadu wodorotlenku magnezu i siarczanu wapnia przez odfiltrowanie, roztwór siarczanu potasu, po odpędzeniu wody w wielostopniowych wyparkach próżniowych poddaje się ostatecznemu wysuszeniu w temperaturze 105°C.

Zaletą opisanego sposobu jest możliwość wykorzystania ubogich surowców potasowych, jakimi są polihality, do otrzymania siarczanu potasu i tlenku magnezu.

Sposób przeróbki polihality, według wynalazku, polega na poddaniu urobku polihality kruszeniu i mieleniu do uziarnienia poniżej 1 mm. W przypadku przerabiania materiału o dużej za-

wartości polihalitu, należy surowiec po wstępnym rozdrobnieniu do 10 mm poddać ługowaniu zimną wodą, w celu zredukowania jego domieszek do 1,5—2%, a następnie rozdrobnić do uziarnienia 1 mm. Tak przygotowany surowiec poddaje się kalcynacji w piecach obrotowych w temperaturze 600°C. Zabieg ten powoduje utratę wody krystalizacyjnej oraz zwiększa wydajnie rozpuszczalność polihalitu w wodzie. Umożliwia to wylugowanie siarczanów potasu i magnezu, zawartych w przerabianym materiale. Wyprażony materiał poddaje się następnie ekstrakcji wodą w czasie około 30 minut w temperaturze około 100°C, przy użyciu około 5 ton wody na 1 tonę polihalitu. Otrzymany roztwór po odfiltrowaniu nierozpuszczalnych siarczanów wapnia zadaje się mlekiem wapiennym, z 5-procentowym nadmiarem, w stosunku do stechiometrycznej ilości potrzebnej do całkowitego strącenia obecnego w roztworze magnezu. Operację przeprowadza się w temperaturze około 90°C przy intensywnym mieszaniu w czasie 5 minut. W wyniku tej reakcji strąca się magnez w postaci osadu wodorotlenku, zmieszanego z siarczanem wapnia. Oddzielony od powstałego osadu przez odfiltrowanie roztwór siarczanu potasu kieruje się na wielostopniowe wyparki próżniowe w celu odpędzenia wody, a otrzymany produkt poddaje się ostatecznemu wysuszeniu w temperaturze 105°C. Z pozostałego po odfiltrowaniu roztworu siarczanu potasu, osadu, stanowiącego mieszaninę wodorotlenku magnezu i siarczanu wapnia, sporządza się jednorodną zawiesinę w wodzie, stosując na 1 tonę osadu około 4,5 tony wody. Zawiesinę tę podaje się przy ciągłym i intensywnym mieszaniu karbonizacji dwutlenkiem węgla, zachowując ciśnienie dwutlenku węgla, wynoszące 4—5 atm oraz temperaturę 21—24°C.

W wyniku karbonizacji magnez, zawarty w zawiesinie, przechodzi w rozpuszczalny w wodzie

kwaśny węglan, który odsącza się od pozostałego osadu siarczanu wapnia. Otrzymany roztwór poddaje się dekarbonizacji, mającej na celu rozkład kwaśnego węglanu magnezu. Proces ten połączony z odparowaniem części wody przeprowadza się w wyparkach próżniowych w temperaturze około 65°C i ciśnieniu 150 mm Hg, w wyniku czego wytrąca się sól magnezu o wzorze $Mg_2CO_3(OH)_2 \cdot 3H_2O$, którą po odfiltrowaniu i wysuszeniu poddaje się prażeniu w temperaturze około 600°C w celu otrzymania tlenku magnezu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania tlenku magnezu i siarczanu potasu z polihalitu, polegający na kalcynacji rozdrobnionego surowca i ekstrakcji gorącą wodą, odfiltrowaniu nierozpuszczalnego siarczanu wapnia, a następnie strąceniu mlekiem wapiennym z otrzymanego ekstraktu, magnezu w postaci wodorotlenku zmieszanego z siarczanem wapnia, **znamienny** tym, że kalcynację przeprowadza się w temperaturze 600°C, a z wytrąconego mlekiem wapiennym, użytym w nadmiarze osadu, będącego mieszaniną wodorotlenku magnezu i siarczanu wapnia, sporządza się zawiesinę wodną, którą poddaje się karbonizacji dwutlenkiem węgla, po czym wytworzony roztwór kwaśnego węglanu magnezu, oddzielony od osadu siarczanu wapnia, poddaje się dekarbonizacji i częściowemu odparowaniu w wielostopniowych wyparkach próżniowych, przy czym otrzymuje się zasadowy węglan magnezu o wzorze $Mg_2CO_3(OH)_2 \cdot 3H_2O$, który praży się w znany sposób w celu uzyskania tlenku magnezu, natomiast oddzielony od osadu wodorotlenku magnezu i siarczanu wapnia, przez odfiltrowanie, roztwór siarczanu potasu, po odpędzeniu wody w wielostopniowych wyparkach próżniowych, poddaje się ostatecznemu wysuszeniu w temperaturze 105°C.